4 壮 华 (12) (19) 日本国格許庁 (JP)

報 (B2)

特許第3241003号 (P3241003) (11) 格許森马

(45)発行日 平成13年12月25日(2001.12.25)

数别招与

(51) Int.Cl.7 G03G

9/08 5/087

平成13年10月19日(2001.10.19) (24) 整绿日

365 381 80/6 G 0 3 G

耐水項の数7(全20月)

(21) 出版器号	特國平10-249852	(73)特許権者 000005498	000005496	•
			富士ゼロックス株式会社	
(22) 出題日	平成10年9月3日(1998.9.3)		東京都港区赤坂二丁目17番22号	
		(72) 発明者	石山 李雄	
(65)公開番号	传阅2000-81721(P2000-81721A)		神來川県南足柄市竹松1600番地	第十代
(43)公開日	平成12年3月21日(2000.3.21)		ロックス株式会社内	
等資訊次日	平成11年9月13日(1999.9.13)	(72)発明者	片唇 学	
			神疾川県南足柄市竹松1600番地	第十七
			ロックス株式会社内	
		(72)発明者	江口 数路	
			神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士七	第十年
			ロックス株式会社内	
		(74) 代理人	100075258	
			弁理士 吉田 研二 (外2名)	
		1	B + 1	
		四种	古野 カガ	
			最終	最終更に続く

静電荷現像用トナー及びその製造方法、現像剤、並びに国像形成方法 (54) [発明の名称]

【請求項1】 着色剤及び結着樹脂を含有する静電荷現 像用トナーにおいて、動的粘弾性測定より求めた綴和時 間 t = 10×Dt (Dt:定着時の加熱時間) における級 和容性母G(t) が2.0 ×102 ~3.0 ×103 Paの範囲にあ 9. かつ数価が10~50 mgKOHであることを特徴とする静

間0.01 secにおける极和彈性卒G(t= 0.01) が2.0 ×10 の範囲にあり、かつ数価が10~50 mgKOHであることを特 [請求項2] 着色剤及び結婚樹脂を含有する静電荷現 像用トナーにおいて、動的粘弾性測定より求めた級和時 2 ~3.0 ×104 Paにあり、かつ数极和弾性卒G(t= 0.0 との比G(r) [G(t=0.01)/G(t=0.1)] が1.0~18.0 1) と級和時間0.1 sec における級和弾性率G(t=0.1) 徴とする静電荷現像用トナー。

してなることを特徴とする請求項1又は2記載の静電荷 請求項3】 前記静電荷現像用トナーに離型剤を配合 現像用トナー。 1μ回 以下の樹脂微粒子を分散した樹脂 加熱して融合・合一する静電荷現像用トナーの製造方法 数粒子分散液、及び着色剤粒子分散液を混合し、 樹脂微 粒子、着色剤粒子及び離型剤粒子の擬集粒子分散液を形 成した後、前配樹脂微粒子のガラス転移点以上の温度に を有する極性樹脂微粒子を0.4~10重量%の範囲で被覆 <u>、てなるものを使用する</u>ことを特徴とする請求項1~3 において、前記着色剤粒子として、酸価が10~50 mgKO のいずれか1項に記載の静電荷現像用トナーの製造方 [請求項4] 2

前記擬集粒子分散液を形成した後、離型 創粒子分散液及び/又は表面修飾のための樹脂微粒子を [請水項5]

8

特許第3241003号

分散させた樹脂微粒子分散液を添加・混合し、前配擬集 中の樹脂微粒子及び前配表面修飾用樹脂微粒子のガラス **立子安面に前記粒子を付着させ、次いで、前記磁集粒子** とする請求項4に配載の静電荷現像用トナーの製造方

質に記載の静電荷現像用トナーであることを特徴とする 【請求項6】 キャリアとトナーとを含有する静電荷現 象剤において、前配トナーが請求項1~3のいずれか1 **静電荷現像用現像剤。**

てトナー画像を形成する工程、及び前記トナー画像を転 【請求項7】 静電荷像担持体上に静電潜像を形成する **身体上に転写する工程を含む画像形成方法において、前** 記現像剤が請求項6配数の静電荷現像用現像剤であるこ 「母、現像剤担持体上の現像剤で前配静電階像を現像し とを特徴とする画像形成方法。

[発明の詳細な説明]

官類性を低下させることになる。

記録法等により形成される静電階像を現像剤で現像する ときに用いる静電荷現像用トナー及びその製造方法、現 【発明の属する技術分野】本発明は、電子写真法、静電 像剤、並びに画像形成方法に関する。

[0002]

【従来の技術】電子写真法など静電荷像を経て画像情報 る。電子写真法では帯電、露光工程により感光体上に静 電荷像を形成し、トナーを含む現像剤で静電潜像を現像 を可視化する方法は、現在様々な分野で利用されてい し、転写、定着工程を経て可視化される。

▶リアからなる2成分現像剤と、磁性トナー又は非磁性 [0003] ここで用いられる現像剤には、トナーとキ トナーの製造には、通常、敷可塑性樹脂を着色剤、帯動 別御剤、ワックスなどの酷型剤とともに溶融脱線し冷却 -粒子按面に添加することもある。これらの微粒子の称 した後、徴粉砕・分級する混練粉砕法が一般的に採用さ れている。これのトナーは、必要に応じて消費和やクリ -ニング性を改善するために無機や有機の微粒子をトナ 加により、かなり優れたトナーを製造できるが、次のよ トナーを単独で用いる1成分現像剤とが知られている。 うないくつかの問題点がある。

[0004] 通常の混練粉砕法では、トナーの形状及び 一形状に変化をきたすことがある。これらの影響は、2 表面構造は不定型であり、使用材料の粉砕性や粉砕工程 の条件により、それらは彼妙に変化するため、トナーの と、混練粉砕法では材料選択の範囲に制約がある。 具体 わには、粉砕色の溶融高棟物が十分に脆く、経済的に可 能な製造装置で容易に微粉砕される物でなければならな い。ところが、その要求を満たすために前配路融建被物 を脆くすると、現像機中でトナーに加わる機械的せん断 力などにより、トナーはさらに微粉を発生したり、トナ 8状及び要面構造を制御することは困難であった。ま

別の帯電劣化を加速したり、1成分現像剤では粒度分布 より現像性を低下させ、画質の劣化を生ずるという問題 成分現像剤では前配微粉がキャリア要面に固着し、現像 が拡大してトナー飛散を生じたり、トナー形状の変化に

高分子曲成分によりトナーの弾性が増し、やや粉砕され 難くなった樹脂と、ポリエチレンのような脆いワックス 多く見られる。これは定着時の酷型性や戯光体上からの スなどの艦型剤を多量に内添しても、熱可塑性樹脂との 因み合せによっては、トナー表面への離型剤の露出が抑 制されてしまうことが多い。特に、トナーに配合される 数層のポリエチレンが機械力で現像ロール、感光体、キ との組み合せでは、トナー装面にポリエチレンの韓出が [0005]また、これら初砕缶によるトナーにワック 未転写トナーのクリーニングには有利であるが、トナー ャリアなどの装面に容易に移行して、それらを汚染し、 2

いことがあり、機内の機械的せん断力によりトナー要面 の徴粒子がトナー凹部分に移動して経時的にトナーの流 【0006】さらに、トナー形状が不定型であることに より流動性助剤を添加しても十分な流動性を確保できな 動性を低下させたり、流動性助剤がトナー内部に埋役し クリーニング工程で回収されたトナーを再び現像機に戻 して使用すると、さらに画質が低下する。これらを訪ぐ ために、さらに流動性助剤を増加すると感光体上に累点 が発生したり、流動性助剤粒子が飛散するという問題が て現像性、転写性、クリーニング性が悪化する。また ន

及び特開平6-250439号公報では乳化宜合経集法 乳化重合法により樹脂分散液を作成し、他方容媒に着色 になることから、定着時の定着シートの剥離性、OHP 【0008】上記のように電子写真プロセスは、様々な b 域的ストレス下においてトナーが安定した性能を発揮 - 自体の機械的強度を向上させ、かつ帯電性と定着性の 制御する方法として、特開昭63-282752号公報 羽を分散した着色剤分散液を作成し、これらを混合して よって融合・合一させるトナーの製造方法である。この 方法は、形状をある程度制御でき、帯電性、耐久性の改 かつ定着性を損なわずに装面硬度を高くすると共にトナ 【0001】近年、トナー形状及び按面構造を積極的に トナー粒径に相当する疑集体を形成し、加熱することに 普を図ることができるが、トナーの内部構造がほぼ均一 によるトナーの製造方法が提案されている。これらは、 を出力するときの透明性の安定化に問題を残していた。 **トるためには、権型剤のトナー教面への韓出を**哲制し、 ಜ \$

シンの高速化や省エネルギー化に対する要求も高まりつ **つある。特に、最近需要の増加しているデジタルフルカ** ラー複写機やプリンターにおいてはY (イエロー)、M [0009] さらに近年では、萬画質化のみならず、マ

ദ

両立を図ることが重要である。

用い、試色混合作用を利用して現像するため、白黒機に る。また、従来の中心であった文字原稿のみならず、写 耳・給などベタ画像の複写/ブリントも多くなることを (マゼンタ) 、C (シアン) 、Bk (馬) の各現像剤を **鑑みると、より低温域での定着における高値頻性が要請** 比し、多量の現像剤を用いて画像を形成することにな

に密着させると共に定着ロールにオフセットなどを発生 させずに、かつ、定着後にストレスにより画像欠損を起 時、即ち俎時間の加熱・加圧で、トナー画像を紙に確実 【0010】 前記の要請を描たすためには、高速定着 こすことなく、良画質を得ることが要求される。

【0011】これらに対し、例えば特別平8-1015 分の粘弾性差により、得られた定着画像の安面及び内部 によって、低温定着性と耐オフセット性の両立を狙った る機能分担という点ではある程度の効果が得られるであ ろうが、定着工程における極短時間の加熱時の各々の成 が共に均質にはなり難く、グロスむらや折り曲げ等のス し、かし低分子量成分及び高分子量成分を併用すること 方法が提案されている。この方法は、分子量各成分によ 31号公報では、結婚樹脂から極低分子量成分を排除 トレスで欠損が発生しやすくなる。

に塗布する方法が多用されている (特別平4-3088 **割物質の移行によりボールペンの曲き込みや粘着テープ** や定着ロールからの刺艦性、定着後の折り曲げ耐性やグ 【0012】また、画像の定着ロールからの魁橇いわゆ る離型性について、伸にカラー複写機等において、定着 ロール教面に艦型剤(多へはシリコーンオイル)を均一 78号公報等)。しかしながら、経時的な酷型剤物質の 劣化に伴いその効果が大きく低下したり、定着装置の大 型化、複雑化に伴うコストアップ、転写材数面への橇型 は、トナー中に大量の艦形剤成分を内包させたオイルレ ス定着用のトナーを協案している。しかし、多量の橇形 剤を添加すると、ある程度は刺離性が改善されるが、パ インダー成分と臨形剤とが相容性を発揮し、艦形剤のし みだしを安定でかつ均一に行うことができないため、劇 艦の安定性を得ることはできない。また、トナー内部に おいて各材料の分散性は、前述の定着像の紙への密着性 ロスのみならず、OHP透明性等の総合的な定着性能に [0013]そこで、特闘平5-61239号公報で の貼り付けが不可能になるといった不具合が生ずる。

れず、結果的に定着性を十分に改善性することはできな る樹脂を積極的に導入し、離形剤の内包性としみだし性 権形剤のしみだし性をある程度改善し、その内包性を向 着色剤の分散性の改善については、効果がほとんど得ら 例えば特関平2-105163号公報に、極性甚を有す [0014] 職型剤の分散性を改善する方法としては、 上させるが、トナー内におけるAA形刻の位置の制御や、 を向上させることが提案された。しかし、この方法は、

程度の着色剤分散性を得ることはできるが、ワックス内 への着色剤粒子の抱き込みが発生し、トナー内部では制 御されないままに着色剤粒子同士の磁集構造が形成され る。その結果、前記の各種不具合に加えて、特にOHP 帝関平4−188156号公報に、パインダー樹脂を楢 成するモノマー成分やワックス成分等により着色剤の表 面を予め処理することが提案された。この方法は、ある [0015] 着色剤の分散性を改善する方法としては、

定量的確認に際して勧的粘弾性測定から得られる极和弾 【0016】このようにトナー画像の紙への密着柱、定 着ロールからの刺離性、離型剤及び着色剤の分散性等に や構造形成制御が国要かあるが、一般的には、いれちの してたけ、トナー及びその構成材料の加製時の路融等物 性率、緩和時間といった尺度が用いられる。 の安定な透明性を得ることは難しい。

の時の初期応力を ${f S}_0$ 、時間 ${f t}_1$ 経過後の応力を ${f S}_2$ とし た協合、S=S₀ ・e^{-1/t}と表され、時間 t₁ が t と 等 しくなる時の時間を扱和時間と定義する。また、級和弾 [0017] 一般にトナー毎の被測定物に一定強みを与 **杵學とは応力 S を変形曲で割った値である。 この応力級** 和挙動は、結着樹脂の粘弾性や樹脂内に分散された離型 その搭融状態を緩和挙動、即ち、緩和弾性率と緩和時間 を用いて表すことができるが、トナー定着時の容融挙動 えた場合、発生した応力は指数減衰的挙動を示すが、こ 剤等の構造、大きさ、量等の影響を大きく受けるため、 及び粘弾性制御に積極的に適用した例は未だない。

8

透明性等の定着特性に優れ、かつ高画質な定着画像を提 [発明が解決しようとする課題] 本発明は、上記の問題 点を解消し、定着シートの刺離性、定着像の付着性、定 整像の折り曲げ配性、トナー内の離形剤分散性、OHP 供できる静電荷現像用トナー及びその製造方法、現像 剤、並びに画像形成方法を提供しようとするものであ 0018

[0019]

「課題を解決するための手段」本発明者等は、上記問題 点を克服するために鋭意検討した結果、次の構成を採用 することにより、その問題を解決することができ、本発 明を完成した。

面が10~50 mgKCHであることを特徴とする静電荷現像用 において、動的粘弾性測定より求めた複名時間 t =10× Dt (Dt: 定着時の加熱時間)における极和弾性率G (t) が2.0 ×10² ~3.0 ×10³ Paの範囲にあり、かつ酸 (1) 着色剤及び結着樹脂を含有する静電荷現像用トナー

現像用トナーにおいて、動的粘弾性測定より求めた緩和 時間0.01 secにおける擬和彈性率G(t= 0.01) が2.0 × 【0020】(2) 着色剤及び結着樹脂を含有する静電荷 102~3.0 ×104 Paにあり、かつ、数极和導性率G(t= ය

1) との比G(エ) 【G(t=0.01)/G(t=0.1) 】が1.0~1 8.00 範囲にあり、かつ歌曲が10~50 mgKGHであること 0.01) と級和時間0.1 sec における級和弹性率G(t=0. を特徴とする静電荷現像用トナ

(3) 前記静電荷現像用トナーに離型剤を配合してなるこ とを特徴とする前配(1) 又は(2) 記載の静電荷現像用ト

るものであることを特徴とする前配(1) ~(3) のいずれ 【0021】(4) 前記機型剤が、ASTEM D3418-8 に準拠 して測定された主体極大ピークが50~140 ℃の範囲にあ か1 しに記載の静電荷現像用トナー。

特徴とする前配(1) ~(4) のいずれか1つに記載の静電 (5) 通過型電子顕微鏡(TBN) により測定された平均粒径 が 150~1500 m の範囲にある橇型剤を含有することを **桁現像用トナー。** (6) 前配離型剤を 5~25重量部の範囲で含有することを 特徴とする前記(4) 又は(5) 記載の静電荷現像用トナ

れた前配着色剤の平均粒径が 100~330 1mの範囲にある ことを特徴とする前配(1) ~(6) のいずれか1 つに記載 【0022】(7) 強過型電子顕微鏡(TEM) により測定さ の静電荷現像用トナー

【0023】(9) 前配トナーの体積平均粒径 D50v が 2 原GSDv (D₈₄v /D_{16v}) が1.30以下であり、かつ、その体 34p /Dl6p) との比(GSDv/GSDp) が0.95以上であること を特徴とする前記(1) ~(8) のいずれか1つに配載の静 ~9 μョの範囲にあり、かつ、その体徴平均粒度分布指 (8) 前記着色剤の含有量が 4~15重量%の範囲にあるこ 值平均粒度分布指模GSDv と数平均粒度分布指模GSDp(D とを特徴とする前記(7) 記載の静電荷現像用トナー。 電荷現像用トナー。

(10)前記トナーの形状係数SF1 [(周囲長の2栗/投影 とする前記(1) ~ (9) のいずれか1 つに記載の静電荷現 **面積) の平均値] が110~140 の範囲にあることを特徴**

新囲にあることを特徴とする前配(1) ~(10) のいずれか (11) 前記静電荷現像用トナーの帯電量が20~40 μ C/g の

1 しに記載の静電荷現像用トナー。

脂微粒子分散液、及び着色剤粒子分散液を混合し、樹脂 **【0024】(12) 1 μm 以下の樹脂微粒子を分散した樹** 微粒子、着色剤粒子及び離型剤粒子の凝集粒子分散液を 形成した後、前配樹脂微粒子のガラス転移点以上の温度 に加熱して融合・合一する静電荷現像用トナーの製造方 法において、前記着色剤粒子として、酸価が10~50mgKO H を有する極性樹脂微粒子を0.4 ~10**宜量%の範囲で**被 **買してなるものを使用することを特徴とする前配(1) ~** [11]のいずれか1つに記載の静電荷現像用トナーの製造 【0025】(13)前配艇集粒子分散液を形成した後、離 型剤粒子分散液及び/又は表面修飾のための樹脂微粒子

特許第3241003号

3

ス転移点以上の温度に加熱して融合・合一することを特 を分散させた樹脂微粒子分散液を添加・混合し、前配疑 集粒子表面に前配粒子を付着させ、次いで、前配懸集粒 子中の樹脂微粒子及び前記表面修飾用樹脂微粒子のガラ 散とする前記 (12) に記載の静電荷現像用トナーの製造方

に、少なくとも1種の金属塩の重合体を添加することを 特徴とする前記(12)又は(13)に記載の静電荷現像用トナ |0026| (14) 前配操集粒子分散液を形成するとき 2 (15)前配金属塩重合体が少なくとも1種のアルミニウム の無機金属塩の重合体であることを特徴とする前配(14) 配載の静電荷現像用トナーの製造方法。

2)~(15)のいずれか1つに記載の静電荷現像用トナーの [0027] (16)前記着色剤粒子として、酸価が10~50 mgKGHを有する極性樹脂微粒子を0.4~10重量%の範囲 で被覆してなるものを使用することを特徴とする前配(1

[0028] (17)キャリアとトナーとを含有する静電荷 現像剤において、前配トナーが前記(1) ~(11)のいずれ か1 しに記載の静電荷現像用トナーであることを特徴と する静電荷現像用現像剤。 ន

(18)前記キャリアが樹脂被覆層を有することを特徴とす る前記(17)に記載の静電荷現像用現像剤。

【0029】 (19) 静電荷像担特体上に静電潜像を形成す してトナー画像を形成する工程、及び前記トナー画像を 前記現像剤が前記 (17) 又は (18) に記載の静電荷現像用現 る工程、現像剤担持体上の現像剤で前記静電潜像を現像 転写体上に転写する工程を含む画像形成方法において、

(20) 前記トナー画像をオイルレス定着法で定着すること を特徴とする前配(19)に配載の画像形成方法。 俊剤であることを特徴とする画像形成方法。

(21) 前記転写体上のトナー画像をフッ架樹脂装面層を備 えた定着ロールを用いて画像を形成することを特徴とす る前記(19)又は(20)に記載の画像形成方法。

た静電荷現像用トナーを現像装置にリサイクルする工程 (22)トナー画像の形成に使用されなかった余分な静電荷 現像用トナーを回収する工程と、前配回収工程で回収し とを含むことを特徴とする前配(19)~(21)のいずれか1

しに記載の画像形成方法。

tり求めた緩和時間 t=10×Dt (Dt : 定着時の加熱 G (t=0.01)と級和時間0.1 secにおける級和弾性卒G (t= [発明の実施の形態] 本発明は、着色剤及び結着樹脂を 含有する静電荷現像用トナーにおいて、動的粘弾性測定 時間) における极和弾性率G(t) が2.0 ×10² ~3.0 × 求めた撥和時間0.01 secにおける級和彈性率G(t=0.01) 0.1) との比G(f) (G(t=0.01)/ G(t=0.1)] が1.0~ 103 Paの範囲に調整するか、又は、動的粘弾性測定より 52.0×10²~3.0×10⁴ Paにあり、かつ数複哲學性母 ജ

優れ、高画質の定着画像の耐久性を提供できる静電荷現 トナー内艦型剤の分散性、OHP遜明性等の定着特性に 18.0の範囲にあるように調整することにより、定着シ トの刺離性、定着像の付着性、定着像の折り曲げ耐性 像用トナーを完成するに至った。

良の要因となる。さらに、定着画像においても、折り曲 するのが適当である。前記級和時間における級和弾性率 **G(t) が2.0 ×10² Paを下回ると、十分なトナー間の**疑 集力が得られず、オフセット現象や特に低温側の刺離不 と、転写シートへの投透性及び密着性が悪化し、十分な [0031] 本発明は、着色剤と結着樹脂を含有する静 既有現像用トナーにおいて、動的粘弾性測定より求めた **极和時間t=10×Dt (Dt : 定着時の加熱時間) にお** ける数形容在母G(t) が2.0 ×10² ~3.0 ×10³ baの簡 **定着強度が得られなくなり、また容融時のトナーの粘度** があくなるため、要面グロス低下及び画像ムラ等の画質 げなどのストレスによる画像の欠損が発生しやすくな る。他方、 擬和彈性率G(t) が3.0 ×103 Paを超える 低下を引き起こす要因となる。

0.01)と級和時間0.1 sec における級和弾性率G(t=0.1) との比G (t) [G(t=0.01)/G(t=0.1)] が1.0 ~18.0 合が生ずる。また、 擬和弾性率の比G(r) (G(t=0.01) / G(t=0.1)] が1.0 を下回ると、定着画像の光沢むら る。 級和彈性率G(t=0.01)の好ましい範囲は、2.3 ×10 2 ~2.8 ×104 Paであり、极和彈性帯の比G(r) [G(t =0.01)/ G(t=0.1)]の好ましい範囲は、1.0~17.0で の範囲にあるように調整するのが適当である。級和弾性 邸G(t=0.01)が2.0 ×10² Paを下回ろと、オフセットや 定碧画像の安面あれ等の不都合が生じ、 $3.0 imes 10^4$ Paを 超えると、定増画像の光沢が得られにくいといった不哲 [0032]また、本発明は動的粘弾性測定より求めた 扱和時間0.01sec における級和弹性率G (t=0.01)が2.0 ×10² ~3.0 ×10⁴ Paにあり、かつ数級和弾性率G(t= が生じやすいといった不都合が生じ、18.0を超えると、 定着ラチチュードが得られないといった不都合が生ず

更において得られた測定結果より

超和時間 トリックサイエンティフィック社製ARES測定装置を用い 正弦波振動を与えた。測定は100 ℃から開始し、160 ℃ まで糂繞した。刻定時間インターパルは30秒、測定開始 は、正弦波板動法による周波数分散測定法により測定し た動的粘資性から水めた。 勧的粘資性の刨底にはレオメ **ースを0とした後に0.1 ~110 rad/sec の複動固数数や** 後の温度調整補度は±1.0 ℃以下とした。また、測定中 各測定温度におけるひずみ虽を適切に維持し、適正な測 **定値が得られるように適宜闕整した。これらの各測定題** 目 知のパレフケプフートに カットつ、ノートゲンメ 動的粘弾性の測定は、トナーを錠剤に成形した後、 【0033】本発明における擬和弾性率及び擬和時間

KOH 未満では、離型剤粒子、着色剤粒子の内包性、安定 【0034】本発明におけるトナーの敵価は、離型剤粒 子、着色剤粒子のトナー中への内包性を向上させ、安定 10~50 mg-KOH の範囲が適当である。前記較価が10 mg-50 mg-KOH を超えると、酸価を付与する成分が架備しや 性が低下しやすく、帯電性も低下しやすくなる。また、 させるばかりではなく、帯電性にも重要なものであり、 すくなり、定着性が低下しやすくなる。

させ、5 ~25重量%の範囲で含有させることにより、オ イルレス定着方法における定着画像の刺戯性を向上させ せ、4~15重量%の範囲で含有させることにより、猪色 【0035】本発明の離型剤は、平均粒径が150~1500 nm の範囲の粒子として、静電荷現像用トナー中に分散 た。好ましい範囲は、平均粒径は160 ~1400nm、含有量 は 7~23重量%である。本発明において離型剤粒子の被 費の順序は、凝集粒子形成後、離型剤粒子を被覆し、要 mの範囲の粒子として、静電荷現像用トナー中に分散さ 性はもとより、OHP透過性も優れたものとなる。好ま [0036] 本発明の着色剤は、平均粒径が100~330 しい平均粒径は 120~310mの範囲であり、好ましい合 面修飾のための樹脂微粒子を被覆することが好ましい。 有量は 5~14重量%の範囲である。 2

い節囲は、D50V が 3~8 μm, GSDvが 1.0~1.28、(G 【0037】本発明のトナーの体積平均粒径 D_{50V} を 2 /D16y)を1.30以下に、その体積平均粒度分布指標GSDv 上にすることにより、画質の精細性に優れた画像を形成 できる静電荷現像用トナーの提供を可能にした。好まし ~9 μm の範囲に、その体徴平均粒度分布指標GSDv(84v と数平均粒度分布指標GSDrとの比(GSDv/GSDp)を0.95以 SDv/GSDp) の比が0.95~1.2 の範囲である。 ಜ

D_{50V} # 2 生が低下する。また、 9μm を超えると、画像の解像性 度分布指棋の比(GSDv/GSDp) が0.95を下回ると、帯電性 με を下回ると、トナーの帯電性が不十分となり、現像 が低下する。体積平均粒度分布指標GSDvが1.30を超える と、解像性が低下し、体徴平均粒度分布指標と数平均粒 が低下し、トナーの飛散、カブリ等の画像欠陥の原因と 【0038】本発明のトナーの体積平均粒径

6p と定義し、また累積84%となる粒径を体積平均粒径 Dg4、数平均粒径 Dg4p と定義し、これらを用いて体 ンターTA-11 (日科機社製)、マルチサイザー11 (日 簡平均粒度分布指標GSDvは D84v /D16v より求め、数平 **本積、数、それぞれに小径側から累積分布を描き、累積** 【0039】本発明の体積平均粒径、体積平均粒度分布 指標及び数平均粒度分布指標は、例えばコールターカウ 科機社製)等の測定器を用いて測定することができる。 16%となる粒径を体積平均粒径 D_{16v} 、数平均粒径 D 粒度分布は分割された粒度範囲 (チャンネル) に対し、 均粒度分布指標GSDpは Dg4p / Dl6pより算出した。

S

れた静電荷現像用トナーの提供を可能にした。SFI の好 |0040||また、本発明のトナーの形状保教SFIを11 0 ~140 の範囲にすることにより、現像性、転写性に優 ましい範囲は、SF1 が 110~138 である。上記の形状係 徴)であり、次の方法で算出する。スライドグラス上に 数布したトナーの光学顕微数像をビデオカメラを通じて **ルーゼックス画像解析装置に取り込み、50個以上のトナ** -の、周囲長の2乗/投影面積00C³/A)を計算し、平均 数SF1 は、形状係数の平均値 (周囲長の2乗/投影面 値を求めて得たものである。

の環境依存性が強く、帯電の安定性に欠けるので実用上・ 20~40mC/8 の衛囲、好ましくは20~35 C/8の衛囲が適 当である。 帯電量が20μC/g を下回ると背景汚れ (カブ リ)が発生しやすくなり、40 n C/g を超えると画像濃度 が低下しやすくなる。また、静電荷現像用トナーの夏場 (高温高温) における帯電量と冬場 (低温低温) におけ 1.3 の範囲が適当である。この範囲をを外れると帯電性 5 帯電量の比は、0.5 ~1.5 の範囲、好ましくは0.1 ~ [0041] 本発明の静電荷現像用トナーの帯電量は、 **好ましくない。**

合一し、洗浄、乾燥してトナーを得る。なお、トナー形 子分散液、着色剤粒子分散液及び離型剤粒子分散液を混 で処理された樹脂微粒子分散液を添加し、さらに必要に 【0042】以下、本発明の静電荷現像用トナーの製造 【0043】また、前配の凝集工程において、樹脂微粒 合する初期の段階では、予め各種性のイオン性分散剤の **困のパランスをずらしておき、ポリ塩化アルミニウム等** の後、ガラス転移点以下の温度で第1段階の母体騒集粒 広じて疑集粒子中の樹脂徴粒子と追加樹脂微粒子に含ま することにより凝集形成の第2段階で加えた粒子を母体 方法について詳述する。本発明に用いられる樹脂徴粒子 性界面活性剤によりヘテロ磁集を生じさせることにより トナー径の磁集粒子を形成し、その後、樹脂微粒子のガ の無機金属塩の重合体を欲加してイオン的に中和し、そ 子を形成し、安定した後、第2段階としてイオン的バラ ンスのずれを補填するような極性、歯のイオン性分散剤 れる樹脂のガラス転移点以下でわずかに加熱して、より 高い温度で安定化させたのち、ガラス転移点以上に加熱 は、特に制限はないが、一般に乳化室合法などによりイ 前記イオン世界面活性剤とは反対の極性を有するイオン し、着色剤粒子分散液及び離型剤粒子分散液と混合し、 ラス転移点以上の温度に加熱して前配磁集粒子を融合 状は不定形から球形までのものが好ましく用いられる。 オン性界面活性剤を含有する樹脂微粒子分散液を顕製

[0044] 本発明の樹脂微粒子として使用する重合体 は特に制限はないが、例えば、スチレン、パラクロロス 向上させるのに有効である。

い。更にこの極集の段階的操作は複数回、くり返し実施 してもよい。この2段階法は離型剤と着色剤の内包性を

疑集粒子の安面に付着させたまま合一させたものでも良

特許第3241003号

9

単独重合体、又はこれらを2種以上組み合せて得られる チワン、a -メチガスチワン簿のスチワン数:アクリガ 2-エチルヘキシル、メタクリル酸メチル、メタクリル酸 5エステル類;アクリロニトリル、メタクリロニトリル 苺のピニルニトリル類;ピニルメチルエーテル、ピニル インプチケエーデグ毎のパニグエーデグ類;ピニグメテ タジェンなどのポリオレフィン類などの単量体からなる る。また、エポキシ樹脂、ポリエステル樹脂、ポリウレ アル被脂等、非アニル絡合米被脂、又は、これらと前配 アニケ米被指との混合物や、これらの共存下がアニケ米 アクリル酸n-ブチル、アクリル酸ラウリル、アクリル酸 **ケケトン、アニケエチケケトン、アニゲインプロペニル** 共重合体、さらにはこれらの混合物を挙げることができ タン樹脂、ポリアミド樹脂、セルロース樹脂、ポリエー 単量体を重合して得られるグラフト重合体等を挙げるこ エチル、メタクリル酸n-プロピル、メタクリル酸ラウリ ル、メタクリル酸2-エチルヘキシル等のピニル甚を有す 製メチル、アクリル製エチル、アクリル製1-プロピル、 ケトン苺のアニケケトン盤・エチァン、プロパフン、 とができる。 2

中の樹脂徴粒子の粒径はレーザー回折式粒度分布測定装 性界面活性剤などを用いて乳化塩合を実施して樹脂徴粒 子分散液を作成することができる。また、その他の樹脂 の場合は、油性で水への溶解度の比較的低い溶剤に溶解 するものであれば樹脂をそれらの溶剤に解かして水中に イザーなどの分散機で水中に微粒子として分散させ、そ の後加熱又は成圧して溶剤を蒸散することにより、樹脂 微粒子分散液を作成することができる。これらの分散液 【0045】 ガーケ米 単田 存を使用 ナる 絡合は、 人 ギン イオン性の界面活性剤や高分子電解質とともにホモジナ 個LA-700(協協製作所製) で盥庇した。

[0046] 本発明に使用できる離型剤は、ASTN D3418 -8に替拠して測定された主体極大ピークが50~140 ℃の なる。また、140 ℃を超えると定着温度が高くなり、定 士体権大ピークの測定はパーキネルマー社製のDSC-7 を 亜鉛の融点を利用し、熱量の補正にはインジウムの融解 **栢田、好ましくは60~120 ℃の範囲にある物質が好まし** 着画像要面の平滑性が得られず光沢性を損なう。 前配の 用いて行った。装置の検出部の温度補正はインジウムと 対照用に空パンをセットし、昇温速度10℃/minで測定し い。50℃未満であると定着時にオフセットを生じやすく 敷を用いた。 サンプルは、アルミニウム製パンを用い、

0047】離型剤として使用する具体的な物質を例示 ン、ポリプテン等の低分子由ポリオレフィン類:加黙に ライスワックス、キャンデリラワックス、木ロウ、ホホ **ドると以下のようになる。ポリエチレン、ポリプロピレ** エルカ酸アミド、リシノール酸アミド、ステアリン酸ア より軟化点を有するシリコーン類、オレイン酸アミド、 ミド等のような脂肪酸アミド類やカルナウパワックス、 æ

[0048] にれるのフックス額は、水中にイオン性界面括性剤、結分子酸や高分子塩基などの高分子電解質とともに分散し、融点以上に加熱しながら、ホモジナイザーや圧力吐出型分散機を用いて強い関節を付与して総裕子化し、「μπ以下の檔型剤粒子の分散液を作成することができる。この分散液中の維形剤粒子の対磁は、レーザー回が式粒度分布憩底装置は-700(福盛製作所製)で超点した。

[0049] 本発明に使用する着色剤は公知のものを使 り、酸化銅、二酸化マンガン、アニリンプラック、栝性 また、黄色顔料としては、例えば、黄鉛、亜鉛黄、黄色 欧化鉄、カドミウムイエロー、クロムイエロー、ハンザ オワンジ、パーケネントオワンジGIR 、 ピランロンオレ ペンガラ、カドミウムレッド、紹丹、研化木鍛、ウオッ チャングフッド、パーレネントフッド4R、リソーケフッ ド、ブリリアンカーミン3B、ブリリアンカーミン6B、デ イドロー、くンがイドロー10G、 スンジジンイドローG [0050] 橙色顔料としては、赤色黄鉛、モリブデン ソジ、くラゼンギランジ、 ムアジシンギラン 岩、 イン **ダスレンブリリアントオレンジRK、インダスレンブリリ** イポンオイルレッド、パレンロンレッド、ローダミンB フーキ、フーキフッドC 、ローズペンガル、H杵キンン 、ベンジンンイエローCR、メフンイエロー、キノリン アントオレンジGK等が挙げられる。赤色顔料としては、 **段、非磁性フェライト、マグネタイト等が挙げられる。** イエロー、パーメネントイエローNCG 毎が挙げられる。 用でき、例えば、黒色顔料としては、カーボンブラッ フッド、アリヂリンフーキ棒が掛げられる。

[005]] 青色顔なとしては、雑者、コバルトブルー、アルカリブルーレーキ、アクトリブルーレーキ、ファストガイルー・インダンンブルーB、アーリンブルー・ダインブーB、アーリンブルー・グルコメイルブルー・メチレンブルーのコイド、ファコアーンブルー・ファコンアーングルー・ファコンアーングルー・ファコンアーングルーングルーングロンアーングルーングロンアーングルーングロンアーングルーングロンアーングルが新げられる。紫色顔対としては、マンガンボ、ファストバイアントB、メチルバイオアントフーキ等が挙げられる。

(0.052) 緑色顔料としては、酸化クロム、クロムグリーン、ピクメントグリーン、マラガイトグリーンレーキ、ファイナルイエローグリーンG 等が挙げられる。自色顔料としては、運金量、酸化チタン、アンチモン自、硫化曲鉛等が挙げられる。体質質がとしては、パライト総、炭酸パリウム、クレー、ソリガ、ホワイトガーボン、タルク、アルミナポワイト等が発げられる。さら

に、紫なとしては、塩茗柱、野柱、分敷、直接染料等の 布鑑院萃、郎えば、ログロシン、メテァングルー、ロー ズベンガケ、キノリンイエロー、ウケトサトリングルー 等が挙げられる。 [0053]また、これらの着色剤は単独で、又は混合し、さらには固溶体の状態でも使用できる。これらの着色剤に公当の方法で分散されるが、例えば、回転せん粉型ホモジナイガー、ボールミル、サンドミル、アトライター等のメディア式分散機、高圧対向値深式の分散機等が算ましく用いられる。

【0054】これらの着色刻は、極性を有する界面活性剤を用い、前配ホモジナイザーによって水系に分散して使用する場合があるが、その際、酸価が10~50 mg/GHY 有する体徴平均粒径100 m以下の極性都脂微粒子を0.4~10重量、 好ましくは1.2~5.0 重量%の範囲で添加して始色剤を被曝して使用することができる。

【のの55】前配癌性樹脂微粒子の酸価が10 mg/GHを下回ると、着色剤粒子のトナー中での分散性を得ることが離しく、酸価が50 mg/KHを超えると、分散性は向上するものの、前配の癌性樹脂自体が高次構造を形成するため、トナーの定着脊柱を損なうことがある。

[0056]また、前郎極性樹脂微粒子の添加・付着量が0,4%を下回ると、着色剤粒子に付着はするものの均一に付着することが購しく、その結果、トナー中での着色剤を好適に分散することが難しい。10%を超えると、極性樹脂微粒子同土が過剰に凝集し、足着したOHPの密明性を損なうおそれがある。

 端状される。着色剤の添加量は、トナーの樹脂100 価量%に対して 1~20個量%の簡囲で添加される。 異色着色 別として磁性体を用いるときには、他の着色剤とは異なり、30~100個量%の範囲で添加される。 [0059] 本第明のドナーを磁性トナーとして用いる毎合は、結複樹脂中に磁性粉を含有させてもよい。このような磁性粉としては、磁場中で磁化される物質を用い

耐候性、OHP 透過性、トナー中での分散性の観点から

【0058】本発明の着色剤は、色相角、彩度、明度、

る。具体的には、鉄、コパケト、コッケケ等の強強性粉

20

来、又はフェライト、マグネタイト等化合物を使用できる。 幹に、本語明では、水福中でトナーを得るために、破性体の水陽移行性に住意を払う必要があり、好ましくは表面改質、例えば様木化処理等を施しておくのが好ま

【のの60】本発明では、トナーの帯電性な一面向上され安定化させるために帯電制部剤を配合することができる。 岩電制御剤としては4級アンキニウム協化台物、コグロシン米化合物、アケミニウム、鉄、クロムなどの錯体からなる染料や、トリフェニケメタン米顔対などを使用することができるが、驀集や融合・合一時の安定性に、影響するイオン強度の制御、腐水の汚染低減のためには、水に溶解しにくい材料の方がよい。

[0061] 本発明では、トナーの帯電性安定化のために、違式で無線徴性子を添加することができる。無機徴粒子の倒としては、シリカ、アルミナ、チタニア、貯酸カルンウム、炭酸マグネンウム、リン酸三カルンウムなど、通常トナー装面の外添剤として使用される全てのものを、イオン性界面活性剤や高分子酸、高分子塩基に分散して使用することができる。

[0062]また、流動性付与やクリーニング柱向上の目的で、通常トナーの製造におけると同様に、トナーを気織した後、シリガ、アルミナ、チタニア、段酸カルツケムなどの無機後哲子や、ピール系樹脂、ポリエステル、シリコーンなどの樹脂後粒子を乾燥状態で対断力をいけてトナー変面に落合して消費柱段剤やクリーニング助剤として用いることができる。

定着画像耐久性を有する静電荷現像用トナー、及びその

製造方法を特徴とする。

【0063】本語明のトナーの製造方法において、推脂 徴粒子の乳化塩台、着色剤の分散、根脂微粒子の添加分 散、離型剤の分散、それちの離集、又は、その安定化な どの目的で用いる界面右性剤を倒示すると、硫酸エステ 不塩素、メルホン酸塩素、リン酸エステル系、せっけん 米等のアニオン性界面石性剤を倒示すると、硫酸エステ イーケームが型型等のカチオン性界面石性剤を使用するこ とができる。また、ポリエチレングリコール系、アルキ インェールーエインとは野面石性剤を使用するこ とができる。また、ポリエチレングリコール系、アルキ カフェノールエチレンオキサイド付加物系、多価アルコール系等の非イオン性界面石柱剤を使用することも効果 的である。これらの分解手段としては、回転到断型ホー ジナイザーやメディアを有するボールボ、サンド: ル、ダイノ:ルなどの一般的ならを使用できる。

【0064】また、本発明では、極性樹脂微粒子で被優 した着色剤粒子を用いる場合、樹脂と着色剤を溶剤 (水、界面活性剤、アルコールなど)中に溶解分散した 後、上配のような適当な分散剤(活性剤を含む)と共に 水中に分散させ、加熱、域圧して溶剤を除去して得る方 注や、乳化重合により作成された樹脂微粒子表面に機械 的な剪断力、又は電気的な吸着力で着色剤粒子を固定化 する方法などを採用することができる。これらの方法 は、磁薬粒子に添加される碧色剤の遊離を剤削したり、 帯電性の着色剤依存性を改善することに有効である。 帯電性の着色剤依存性を改善することに有効である。

特許第3241003号

⊛

16 かし対の一や・多数 はの間なべ 1.2

【0065】本発明では、融合・合一の終了後、任意の 高谷工程。国液分離工程、療練工程を軽て所望のトナーを得ることができるが、流や工程は、帯電性を発現・維 持するため、十分にイオン交換水による置換洗浄を指す ことが好ましい。また、国液分離工程は、特に側限は いが、生産性の点から吸引罐温、加圧諸通等が発まし、 用いられる。さらに乾燥工程も特に制限はないが、生産 性の点から深積乾燥、ファンニット乾燥、諸動乾 燥、緩動型流動乾燥等が好ましく用いられる。

【0066】以上、本発明について説明したが、本発明 本発明は、少なくとも1ヵm以下の樹脂徴粒子を分散し た樹脂像粒子分散液、着色剤粒子分散液及び離型剤粒子 分散液を混合し、樹脂微粒子と着色剤粒子の凝集粒子分 数液を形成した後、これを前配補脂徴粒子のガラス転移 点以上の温度でに加熱して融合・合一して得られる静電 測定より求めた級和時間0.01sec における級和弾性率G かつ級和弾性率G (t=0.01)と級和時間0.1sacにおける級 性、定着像付着性、定着像折り曲げ耐性、トナー内轄型 2.0 ×102 ~3.0 ×103 Paの範囲にするか、勧的粘導性 哲容和母G(t=0.1) との比G(t) [G(t=0.01)/G(t= **荷現像用トナーにおいて、トナー酸価を10~50 mg−KOH** とし、動的粘弾性測定より水めた緩和時間 t = 10×Dt (Dt:定着時の加熱時間) における扱和弾性率G(t) が BR>剤分散性、OHP 遜明性等の定着特性に優れ、萵画質 の特に好ましい間様を説明すると以下のとおりである。 (t=0.01) が2.0 ×10² ~3.0 ×10⁴ Paの範囲にあり、 0.1)〕が1.0 ~18.0の簡囲にすることにより、整盤 2

N) により測定される着色剤粒子の中心粒径を100 ~330 時間 t =10×Dt(Dt:定着時の加熱時間) における极わ **資性率G(t) が2.0 ×10² ∼3.0 ×10³ Paの範囲にする** を分散した樹脂微粒子分散液、着色剤粒子分散液、及び 艦型剤粒子分散液を加えて礁合し、無機金属塩の重合体 を添加して樹脂徴粒子と着色剤粒子の凝集体を形成した 日樹脂徴粒子のガラス転移点以上の温度でに加熱して融 の範囲で含有させ、かつ動的粘弾性測定より求めた級和 by、動的粘弾性測定より求めた緩和時間0.01sec におけ 【0067】即ち、少なくとも1ヵm以下の樹脂微粒子 後、アルカリ下で前記疑集を停止し、次いで、これを前 (t=0.01)/G (t=0.1))が1.0 ~18.0の衛囲にすること 披定着シートの對離性、定着像付着性、定着像折り曲げ る級和彈性率G(t= 0.01) が2.0×10² ~3.0 ×10⁴ Pa ナー製価を10~50 mg-KOH とし、強過型電子顕微鏡(TE Ⅲ の範囲に着色剤粒子を分散した状態で4 ~15重量% の範囲にあり、かつ緩和彈性率G (t=0.01)と緩和時間0. により、トナーの定着時の溶融挙動の制御を可能とし、 **台・台一して得られる静電荷現像用トナーにおいて、** 耐性に優れ、かつトナー構成材料の構造形成抑制によ secにおける観和弾性率G (t=0.1) との比G (r) 8

り、トナー内確型利粒子及び着色利粒子の分散性・内包 性の高い画質精細性に優れた静電荷現像用トナー、及び その製造方法を特徴とする。

[8900]

分散液をそれぞれ関製し、これを所定量混合攪拌しなが* 配の樹脂微粒子分散液、着色剤粒子分散液、離形剤粒子 [実施例] 以下、実施例により本籍明をさらに詳しく説 明するが、これらにより本発明は限定されるものではな い。本発明のトナーは、次の方法で製造した。即ち、下

(粧脂徴粒子分散液の調製)

メチァン

n-ブチルアクリレート ドデカンチオーグ アクリル酸

台路液を形力した分散し乳化した、10分間ゆっくりと模 上記の成分を混合容解し、他方、非イオン性界面活性剤 刹ネオゲンSC (第一工類製薬社製) 10gをイオン交換水 ノニポール400 (花玉社製) 6g、アニオン性界面活性 500gに容解したものをフラスコ中に収容し、上記の思 **枠・混合しながら、過硫酸アンモニウム4gを溶解した** 四臭化炭素

(着色剤粒子被獲用極性樹脂微粒子の調製) イオン交換水溶液50gを投入した。次いで、系内を十分※

アクリル酸

アクリル酸エチル メチアン

ン交換水50gを投入した。次いで、米内を強禁や十分に★ 550gに溶解した溶液をフラスコに収容し、上記の混合 上記の成分を混合容解し、他方、非イオン性界面活性剤 利ネオゲンSC (第一工業製薬社製) 10gをイオン交換水 **ノニポール 400 (花王社製) 6g、アニオン性界面活性** 怒液を怒むした分数、乳化し、10分間ゆっくりと攪砕・ **概合しながら、過硫酸アンモニウム 1gを溶解したイオ**

(着色剤粒子分散液の調製 1)

ムギン奴数木

で5分間処理し、付着させた。この着色剤粒子を乾 上配成分を混合容解し、ホモジナイザー(IKA 社製ウル **嫩させSEM で観察したところ、着色剤の周囲に均一に極** 性樹脂欲粒子が付着していることが観察された。この着 の着色剤粒子分散液を得た。さらにこれに酸価40mgKOH トラタラックス)により10分間分散し、中心粒径168m 、粒径60㎞の極性樹脂粒子0.47重量部を注意深く満下 し、再度ホモジナイザー (IKE 社製ウルトラタラック

上配各粒子の凝集体を形成した。無機水酸化物で茶内の p Hを弱酸性から中性に調整した後、前記樹脂微粒子の その後、十分な洗浄・固液分離・乾燥の工程を経て所望 * 6、無機金属塩の重合体を添加したイオン的に中和し、 ガラス転移点以上の温度に加熱し、融合・合一させた。 のトナーを得た。以下に、それぞれの材料の閲整方法、 疑集粒子の作成方法の具体例を示す。

[6900]

6重量部 80重量部 20重量部 320重量部

4.重量部

重合を継続した。これにより樹脂微粒子の中心粒径 160 ※に蛮栗で置換した後、フラスコを攪拌しながらオイルバ スで系内が70℃になるまで加熱し、5時間そのまま乳化 nm 、ガラス転移点58℃、塩<u>由平均分子</u>量Mw35000 の

[0000]

アニオン性樹脂徴粒子分散液を得た。

ន

★置換した後、フラスコを攪拌しながらオイルパスで系内 が70℃になるまで加熱し、5時間そのまま乳化重合を維 税した。これにより極性樹脂欲粒子の中心粒径60mm、ガ ラス転移点-8℃、Mw120000のカチオン性樹脂微粒子

ポイオン柱界面陌在葱ノニポール400 (花玉牡蚁) 黄色顔料PV180 (クラリアントジャパン社製)

色剤分散粒子径は175㎞ であった。

して中心粒径167 回の着色剤粒子を分散した分散液を得 **アン顔料 (鰡フタロシアニンB15:3 :大日補化社製) を** 【0072】 (塔色剤粒子分散液の調製2) 着色剤にシ 用いた以外は材料の着色剤粒子分散液の調製1と同様に

分散液を得た。この極性樹脂微粒子の酸価は40mgであっ 700重出部 24重量部

50重量部 5重量部 200重量部 [0071]

【0074】(着色剤粒子分散液の調製4)着色剤に黒 ゼンタ顔料 (PR122 : 大日インキ化学社製) を用いた以 外は着色剤粒子分散液の調製1と同様にして中心粒径18 【0073】 (着色剤粒子分散液の顕製3) 着色剤にマ 6nm の着色剤粒子を分散した分散液を得た。

外は着色剤粒子分散液の調製1と同様にして中心粒径15 額料 (カーボンプラック:キャボット社製) を用いた以 【0075】(着色剤粒子分散液の調製5)極性樹脂微 位子の然加を省略した以外は着色剤粒子分散液の調製1 ・ 四の着色剤粒子を分散した分散液を得た。

と同様にして中心粒径168m の着色剤粒子を分散した分

50 散液を得た。

9

特許第3241003号

ន

[0076]

(龍型剤粒子分散液の調製1)

50重量部 5重量部 200重量部 パラフィンワックスHNP0190 (融点85°C、日本精蝋社製) カチオン性界面括性剤サニゾールB50 (花王社製)

ムギン女数米

で分散処理し、中心粒径180 mの離型剤粒子分散液を得 * 上記成分を95℃に加熱して、IKE 社製ウルトラタラック スT50 で十分に分散した後、圧力吐出型ホモジナイザー

[来柘例 1]

上配着色剤粒子分散液の調製 1 上配樹脂微粒子分散液

上記檔型剤粒子分散液

上記の成分を丸型ステンレス製フラスコ中でIKE 社製の で加熱した。51℃で60分保持した後、ここに上配と同じ 後、加熱用オイルパスでフラスコを攪拌しながら51℃ま ウルトラタラックスT50 を用い十分に混合・分散した ポリ塩化アルミニウム 樹脂微粒子分散液を級やかに60重量部追加した。

水容液を用いて系内のpHを6.5 に閲覧した後、ステンレ ス製フラスコを密閉し、攪拌軸のシールを磁力シールし [0078] その後、潑麼0.5mol/Lの水酸化ナトリウム 先神した後、ヌッチェ式吸引濾過により固液分離を行っ た。これをさらに40℃のイオン交換水31を用いて再分 数し、15分間300rbmで資本・死争した。この殆争操作を u S/ca、 数面設力が71.2 Mao1-1 となったところで、ヌ ッチェ式吸引濾過によりNo.5A ろ紙を用いて固液分離を た。反応称一後、吊当し、横遍、イオン交換水や十分に さらに5回繰り返し、破液のpHが6.54、電気伝導度6.4 **で複件を維続しながら97℃まで加熱して3時間保持し、**

行った。次いで真空乾燥を12時間粧続してトナーを得

ルターカウンターで測定したところ6.2 μm、体徴平均 象によると、トナー粒子中に離型剤粒子が均一に分散さ 分布指標GSDvと数平均粒度分布指標GSDpとの比(GSDv/GS 数SF1 は130 で丸みを帯びたポテト形状であることが観 募された。透過型電子顕微鏡観察(SEM) のトナーの断面 れており、その算術平均中心粒径は200 目、着色剤粒子 の中心粒径は176 四であり、着色剤粒子分散液中の分散 **系がほぼ維持されていた。このトナーの敷価を測定した** 【0079】この時のトナーの体徴平均粒径ngo をコー 位度分布指標GSDvは1.20であった。また、体積平均粒度 Do) は1.10であった。ルーゼックス社製のルーゼックス 画像解析装置で形状観察を行ったところ、粒子の形状係 1.518 B-KOH ためった。

(t) が 2.9×10² Paであり、 級和時間0.01秒における殺 【0080】さらに、動的粘弾性測定より求めた、定着 21秒における撥和弾性率G (t=0.01)と撥和時間0.1 秒に n弾性率G(t=0.01) が 5.1×10³ Paであり、級和時間の おける観和弾性率G(t=0.1)の比G(t) [G(t=0.01)/ 時間100msec、定着温度160でにおける极和弹性率G

80重量部 200萬量部 50重量部 1.23重量部 [0077]

G(t=0.1) 〕が17.8であって、トナー内でにおいて着色 ず、良好な分酸状態を示した。このトナーの帯電性を測 定したところ23℃、60%KH 環境で-27 μC/g 、10℃、30 KRH 瑕塊で-29 nC/g 、さちに、28℃、85KRH 環境でも 剤粒子及び離形剤粒子が凝集による構造を生じておら -24 nC/g と良好な帯電性を示した。

[0082] [0081] ន

0084] (財格図2)

[0083]

を用い、磁集終了時のpHを6.5 から7.2 に変更した以外 の体徴平均粒径D₅₀ をコールターカウンターで測定した ところ5.7 μm 、体徴平均粒度分布指標GSDvは1.19であ った。また、体積平均粒度分布指標GSDvと数平均粒度分 異施例1において、着色剤分散液を調製1で作製したも は実施例1と同様にしてトナーを得た。この時のトナー 布指数GSDpとの比(GSDv/GSDp) は0.99であった。 ಜ

形状観察を行ったところ、粒子の形状係数SF1 は140 で **睍奏(SEM) のトナーの断面像によると、トナー粒子中に** 180 皿、着色剤粒子の中心粒径は175 皿であり、着色剤 【0085】また、上記のルーゼックス画像解析装置で ポテト形状であることが観察された。透過型電子顕微鏡 **龍型剤粒子が分散されており、その算術平均中心粒径は** 位子分散液中の分散系がほぼ維持されていた。このトナ

(t) が 2.8×103 Paであり、級和時間0.01秒における級 トナー内部において着色剤粒子、離形剤粒子の構造が形 **載されていないことが明らかになった。 いのトナーの符** [0086] さらに、動的粘弾性測定より求めた、定増 01秒における複和弾性率G (t-0.01)と緞和時間0.1 秒に 和磁性率G(t=0.01) が 5.8×103 Paであり、緩和時間の おける撥和弾性率G(t=0.1)と比G(r)が3.2 であり、 **閏柱を測定したところ23℃、60%KH 環境で−28 μ C/g、** 10℃、30%KH 環境で-32 μC/g 、さらに、28℃、85%KH 時間240msec 、定着温度160 ℃における极和弹性率G -の数由か彭邱したといる18mgKOH かむらた。 環境でも-27 uC/g と良好な帯配性を示した。

[0087] [架施例3]

20

し、着色剤量を15重量%とした以外は、実施例1と同様 実紘例1の着色剤分散液の調製1において、極性樹脂微 粒子分散液の添加量を0.47重量部から5.0 重量部に変更 体徵平均粒度分布指標GSDvと数平均粒度分布指標GSDoと にしてトナーを得た。この時のトナーの体徴平均粒径0 50 をコールターカウンターで剥定したところ5.7 μm 、体積平均粒度分布指標GSDvは1.19であった。また、 の比(GSDv/GSDp) は1.03であった。

形状観察を行ったところ、粒子の形状係数SF1 は131 で 【0088】また、上記のルーゼックス画像解析装置で あり、着色剤粒子分散液中の分散系はほぼ維持されてい 丸みを帯びたポテト形状であることが観察された。透過 型電子顕微鏡観察(SDM)のトナーの断面像によると、ト ナー粒子中に離型剤粒子が分散されており、その算術平 均中心粒径は240 回、着色剤粒子の中心粒径は160 回で た。このトナーの数価を数応したところ49.9mgKOH かお

으

2.4×103 Paであり、极和時間0.01秒における級和弾性 【0089】さらに、動的粘弾性測定より求めた定着時 間15msec、定者温度160 ℃における极和弾性率G(t)が おける极和弾性率G(t=0.01)と极和時間0.1 秒における 内部において着色剤粒子、鞣形剤粒子の構造が形成され ていないことが明らかになった。このトナーの帯電柱を 30%RH 環境で-31 μC/g 、さらに、28℃、85%RH 環境で 卒G(t=0.01) が 7.3×10³ Paであり、級和時間0.01秒に 殷和彈性學G(t=0.1) と比G(ト) が13.0であり、トナ− **勘定したところ23℃、60KPH 環境で−30 μC/g、10℃、** b-28 μC/g と良好な帯電性を示した。

さむった。

[0091]

[0600]

[0093] [米格奥4] [0092]

実施例1において、着色剤分散液を調製1から調製3で 外は実施例1と同様にしてトナーを得た。この時のトナ 作製したものに変更し、着色剤量を4.5 重量%とした以 一の体徴平均粒径D₅₀ をコールターカウンターで測定し たところ5.9 μm 、体積平均粒度分布指標CSDvは1.18で あった。また、体徴平均粒度分布指標GSDvと数平均粒度 **分布指標GSDpとの比(GSDv/GSDp) は1:00であった。**

【0094】また、上記のルーゼックス画像解析装置で 形状観察を行ったところ、粒子の形状係数SF1 は134 で ナー粒子中に離型剤粒子が均一に分散されており、その 算術平均中心粒径は260 nm、着色剤粒子の中心粒径は17 2 目かむした。いのトナーの製価を設成したといる19mg 丸みを帯びたポテト形状であることが観察された。遜過 型電子顕微鏡観察(SEM)のトナーの断面像によると、ト

が 4.3×109a であり、极和時間0.01秒における极和降 【0095】さらに、動的粘弾性関促より求めた定着時 間28 msec 、定着温度150 ℃における极和弹性率G(t)

たたいないことが明らかになった。このトナーのቸ動性 C、30KRH 環境で-30 μC/g 、さらに、28℃、85KRH 環 性率G(t=0.01) が 2.2×10² Paであり、极和時間0.01秒 における級和弾性率G(t=0.01)と撥和時間0.1 秒におけ る极和弾性容G(t=0.1) の比G(r) が6.0 であり、トナ -内部において着色剤粒子、離形剤粒子の構造が形成さ を遡応したところ23℃、60%RH 頻頻で-28 μC/g、10 **覚でも-25 μC/g と良好な帯電性を示した。** [0096] [玻焰则5]

ルターカウンターで捌定したところ6.1 μm、体積平均 分布指標GSDvと数平均粒度分布指標GSDpとの比(GSDv/GS 実施例1において、着色剤分散液を顕製1から調製4で 作戦したものに変更した以外は映施例1と同様にしてト ナーを得た。この時のトナーの体徴平均粒径D50 をコー 位度分布指標GSDvは1.22であった。また、体積平均粒度 b) は0.94であった。

丸みを帯びたポテト形状であることが観察された。透過 算術平均中心粒径は255 m、着色剤粒子の中心粒径は19 【0097】また、上記のルーゼックス画像解析装置で 形状観察を行ったところ、粒子の形状係数SF1 は130 で ナー粒子中に確型剤粒子が均一に分散されており、その 3 回であり、着色剤粒子分散液中の分散系がほぼ維持さ れたいた。このトナーの製価を認定したところ19mgKOH 型電子顕微鏡観察(SEN) のトナーの断面像によると、

ន

C、30KRH 環境で-33 μC/g 、さらに、28℃、85KRH 環 ナー内部において着色剤粒子、離形剤粒子の構造が形成 **中を割戻したところ23℃、60MM 環境で−29 πC/g 、10** 性率G(t=0.01) が 9.8×10³ Paであり、級和時間0.01秒 されていないことが明らかになった。このトナーの希臘 【0098】さらに、勧的粘弾性測定より求めた、定着 が 6.1×104a であり、緩和時間0.01秒における緩和端 における极和弹性率G (t-0.01)と极和時間0.1 秒におけ る綴和彈性容G(t=0.1) の比G(r) が5.0 であって、ト 時間31msec、定着温度150 ℃における扱和導性率G(t) **煮でも-27 μC/g と良好な帯配性を示した。** ಜ

[0.099] (玻焰例6]

実施例1において、着色剤分散液を調製1から調製4で 作製したものに変更し、その最を5重 量%にした以外は 実施例1と同様にしてトナーを得た。この時のトナーの ころ6.5 μm、体徴平均粒度分布指標GSDvは1.24であっ た。また、体積平均粒度分布指標CSDvと数平均粒度分布 体積平均粒径D₅₀ をコールターカウンターで測定したと 指標GSDpとの比(GSDv/GSDp) は1.25でもった。

50 算術平均中心粒径は260 m、着色剤粒子の中心粒径は12 【0100】また、上記のルーゼックス画像解析装置で 形状観察を行ったところ、粒子の形状係数SF1 は131 で 型電子顕微鏡観察(SEM)のトナーの断面像によると、ト ナー粒子中に離型剤粒子が均一に分散されており、その 丸みを帯びたポテト形状であることが観察された。透過

油であり、着色剤粒子分散液中の分散系がほぼ維持さ れたいた。このトナーの数値を超近したとこの2mgKOH

て、トナー内部において着色剤粒子、離形剤粒子の構造 g、10℃、30%RH 環境で-25 μC/g、さらに、28℃、R5 (t) が 8.0×10Pa であり、 緩和時間0.01秒における 撥 の帯電柱を測定したところ23℃、60KRH 環境で-25 μC/ [0101] さらに、動的粘弾性測定より求めた、定着 01秒における機和弾性率G (t=0.01)と級和時間0.1 秒に が形成されていないことが明らかになった。 このトナー **向導性率G(t=0.01) が3.6×10³ Paであり、機和時間O.** おける擬和弾性率G(t=0.1)の比G(r)が 4.3であっ 寺関60 msec 、定着温度150 ℃における极和弹性率G KRH 環境でも-22 μC/g と良好な帯電性を示した。

したところ4.1 μm、体積平均粒度分布指標GSDvは1.23 であった。また、体積平均粒度分布指標GSDvと数平均粒 い、凝集条件を97℃、3時間を41℃、16時間に変更した 以外は実施例1と同様にしてトナーを得た。この時のト ナーの体徴平均粒径D20 をコールターカウンターで測定 実施例1の着色剤分散液を調製1で作製したものを用 **東分布指標GSDpとの比(GSDv/GSDp) は1.29であった。** [0102] [玻焰倒7]

8状観察を行ったところ、粒子の形状係数SF1 は129 で 【0103】また、上配のルーゼックス画像解析装置で 型電子顕微鏡観察(SEM)のトナーの断面像によると、ト ナー粒子中に離型剤粒子が均一に分散されており、その れていた。このトナーの数価を測定したところ17mgKOH 丸みを帯びたポテト形状であることが観察された。 透過 5 回であり、着色剤粒子分散液中の分散系がほぼ維持さ 算術平均中心粒径は180 nm、着色剤粒子の中心粒径は11

[0108] (英焰例9]

らかになった。このトナーの帯電性を測定したところ23 μC/g 、さらに、28℃、85KRH 環境でも-22 μC/g と良 【0104】さちに、勧的粘弾性測定より求めた、庇格 (t) が 9.2×10² Paであり、超和時間0.01秒における超 イ、トナー内部において着色剤粒子、離形剤粒子が凝集 体になっておらず、よく分散された状態にあることが明 C、60%RH 環境で-25 μC/g、10℃、30%RH 蝦境で-25 01秒における极和弹性率G (t=0.01)と級和時間0.1 秒に n弾性型(t-0.01)が 2.1×104 Paであり、級和時間の 時間40 msec 、定着温度150 ℃における緩和弾性率G おける観和弾性率G(t=0.1)の比G(r)が 1.1であっ 4な帯電性を示した。

[0105] [東橋例8]

液の配合量を80重量部から15重量部に、極性樹脂微粒子 分散液の添加量を0.47重量部から2.5 重量部に変更した 以外は、実施例1と同様にしてトナーを得た。この時の トナーの体徴平均粒径D20 をコールターカウンターで図 **定したところ5.8 μ≡、体積平均粒度分布指標GSDvは1.** 実施例1の着色剤分散液の騆製1において、着色剤分散

特許第3241003号

(12)

あり、着色剤粒子分散液中の分散系はほぼ維持されてい 23であった。また、体積平均粒度分布指標GSDvと数平均 【0106】また、上記のルーゼックス画像解析装置で 形状観察を行ったところ、粒子の形状係数SF1 は130 で ナー粒子中に橇型剤粒子が分散されており、その算術平 均中心粒径は270 mm、着色剤粒子の中心粒径は183 mmで た。このトナーの製価を図応したところ14mgKCH でもっ 丸みを帯びたポテト形状であることが観察された。強逼 **粒度分布指模GSDsとの比(GSDv/GSDp) は0.96であった。** 型電子顕微鏡観察(SEM) のトナーの断面像によると、

性率G(t=0.01) か 6.3×103 Paであり、緩和時間0.01秒 れていないことが明らかになった。このトナーの特配体 C、30%KH 環境で-30 μC/g 、さらに、28℃、85%KH 環 【0101】さらに、勧的粘弾性測定より求めた庇着時 が 7.8×10² Paであり、級和時間0.01秒における极和導 一方部において着色剤粒子、離形剤粒子の構造が形成さ における极和弹性率G (t=0.01)と极和時間0.1 秒におけ 間48 msec、定着温度160 Cにおける极和弾性率G(t) る撥和彈性降G(t=0.1) と比G(r) が3.2 であり、トナ を**遡**定したところ23℃、60KKH 環境で-28 μC/g、10 境でも-25 uC/g と良好な帯電性を示した。 ន

22であった。また、体積平均粒度分布指標GSDvと数平均 草術平均中心粒径は730 m、着色剤粒子の中心粒径は18 合・合一条件を97C、3時間から97C、10時間に変更し た以外は実施例1と同様にしてトナーを得た。 この時の 【0109】また、上記のルーゼックス画像解析装置で 形状観察を行ったところ、粒子の形状係数SF1 は118 で ナー粒子中に離型剤粒子が均一に分散されており、その 四であり、着色剤粒子分散液中の分散系がほぼ維持さ トナーの体徴平均粒径D50 をコールターカウンターで測 丸みを帯びたポテト形状であることが観察された。斑迢 たたいた。このトナーの数価を割定したところ17mgKOH 定したところ7.4 μm、体徴平均粒度分布指標GSDvは1. 実施例1において、磁集条件を51℃、60分間から61℃、 粒度分布指標GSDpとの比(GSDv/GSDp) は1.14であった。 型電子顕微鏡観察(SEM)のトナーの断面像によると、 60分間に、磁集終了時の系内のpHを6.5 から5.8 に、A ಜ

【0110】さらに、勧的結弾性測定より求めた定路時 が 7.2×10名a であり、緩和時間0.01秒における緩和導 性率G(t=0.01) が 5.1×10³ Paであり、級和時間0.01秒 内部において着色剤粒子、離形剤粒子の構造が形成さ **れていないことが明らかになった。このトナーの帯亀柱** C、30KRH 撰稿で-29 μC/g 、さらに、28℃、85KRH 類 における級和弾性率G (t=0.01)と級和時間0.1 秒におけ **各級和弾性率G(t=0.1) の比G(r) は1.30であり、トナ** 間35 msec 、定着温度150 ℃における极和弾性率G(t) を測定したところ23℃、60%RH 環境で-27 μC/g 、10 なむった。

境でも-23 mC/g と良好な帯電性を示した。 【0111】 [実施例10]

実施別1の着色別分散液の顕製1において、着色剤分散液の配合量を80重量部から5重量部に変更した以外は、実施例1と同様にしてトナーを得た。この時のトナーの体理平均粒径9.0 をコールターカケンターで測定したところ6.2 μm、体積平均粒度分布指線55ルは1.21であった。また、体積平均粒度分布指線55ルと数平均粒度分布指線55ルと数平均粒度分布指線55ルと数平均粒度分布指線55ルと数平均粒度分布

[0112]また、上記のルーセックス画像解析装置で形状観察を行ったところ、粒子の形状保験SF1は134で丸みを帯びたボテト形状であることが観察された。随過型電子顕微鏡観線(SB)のトナーの断面像によると、トナー粒子中に離型剤粒子が分散されており、その算術平均中心粒径は730m、着色剤粒子の中心粒径は188mであり、塩色剤粒子の中が設得は188mであり、塩色剤粒子の中が低にはは静されていた。このトナーの酸価を創定したところ16mgKMであっ

[0113] さらに、動砂粘準性測定より求めた定着時間26 msec、定着温度160 ℃における緩和弾性中G(t)が 2.0×10²9aであり、緩和時間0.01秒における緩和弾性中G(t=0.01)と緩和時間0.01秒における緩和弾性中G(t=0.01)と投G(t)が1.1であり、十一内部において着色声描子、離形測粒子の精造が形成されていないことが明らかになった。このトナーの帯電性を測定したところ23℃、60%RH 環境でも24 μC/8 と良好な帯電性を形でも24 μC/8 と良好な帯電性を形にも24 μC/8 ともらに、28℃、85%BH 環境でも-24 μC/8 と良好な帯電性を示した。

【0114】 [実施例<u>11]</u> 実施例1において、艦形剤分散液の添加盘を50<u>重量</u>部か

 【0115】また、上記のルーセックス画像解坊装置で 形状観察を行ったところ、粒子の形状係数5F1 は137 で 丸みを帯びたボテト形状であることが観察された。随過 型電子顕微鏡観察(SDV) のトナーの断面像によると、ト ナー粒子中に確型剥粒子が均一に分散されており、その 算済平均中心粒径は380 m、着色制粒子の中心粒径は19 7 mであり、着色割粒子の分散系が1環維持さ [0116]さらに、節的松浄柱測定より求めた定着時間も msec、定着温度160℃における緩和弾柱等G(t)が1.1×10³Paであり、緩和時間0.01秒における緩和導

S

体等((t-2, 01) が 9,6×10³ Paであり、機行時間0.01秒における級的資本年 G(t-0, 01)と級的時間0.1 秒における級的資本年 G(t-0, 01)と級的時間0.1 秒における級的資本年 G(t-0, 1)の比G(t) 10.1であって、トナー内部において着色差的子、籍形剤前子の構造が形成されていないことが明らかになった。このトナーの帯電性を認定したところ23℃、60%H 環境で-28 μC/8、とらに、28℃、85%H 環境でも-25 μC/8 と良好な帯電性を形した。

実施的1において、離形割分散液の添加量を50重量部から 5重量部に変更に以外は実施的1と同様にしてトナーを等た。この時のトナーの体質平均粒径D₅₀をコールグーカウンターで認定したところ6.1 μm、体積平均粒度分布指線CSDrと数平均粒度分布指線CSDrと数平均粒度分布指線CSDrと数平均粒度分布指線CSDrと数平均粒度分布指線CSDrと数平均粒度分布指線CSDrと数平均粒度分布指線CSDrと数平均粒度分布指線CSDrと分式(CSDr/CSDs)に1.11であった。

【の118】また、上部のルーゼックス画像解析装電で形状観察を行ったところ、粒子の形状係数SPI は129 で丸みを待びたボデト形状であることが観察された。透過型電子超微鏡観察(SEN)のトナーの断面像によると、トナー粒子中に離型剤粒子が均一に分散されており、その算術平均中心粒径は240 m、着色剤粒子の中心粒径は173 mであり、着色剤粒子分散液中の分散系がほぼ維持されていた。このトナーの酸価を測定したところ12mg/KOHであった。

8

[0119] さらに、動的粘弾性別定より求めた定着時間の msec、定着温度160℃における最和弾性等 (t) が 9.6×10² であり、緩和時間の10秒における緩和発性率 (ct-0.01) が 9.6×10³ Paであり、緩和時間の10秒では対する緩和弾性等 (ct-0.01)と緩和時間の10分に対する緩和弾性等 (ct-0.01)と緩和時間の10分に対けて着色和液性等 (ct-0.01)と観和時間の10分に対けされて着色剤粒子、縮密剤粒子の構造が形成されていたとが明らかになった。このトナーの希側性を測定したところ25℃、60%的 環境で-27 μC/8、10℃、30%的 環境で-27 μC/8、26℃、83%的 環境でも27 μC/8、26 と良好な帯電性を示した。

【0121】また、上配のルーゼックス画像解析装置で形状観察を行ったところ、粒子の形状係数SH は133 で丸みを帯びたボチト形状であることが観察された。強迫型電子顕微鏡観察(SBM)のトナーの断面像によると、トナー粒子中に確型剤粒子が一部磁弧しており、その算術平均中心粒径は1390 m、 数色剤粒子の中心粒径は2200 m、数色剤粒子の中心粒径は2200 m、数色剤粒子の中心粒径は2200 m、数色剤粒子の中心粒径は2200 m、数色剤粒子の中心粒径は2200 m、数色剤粒子の中心粒径は2200 m、数色剤粒子の中心粒径は2200 m、数色剤粒子の中心粒径は2200 m、数色剤粒子の中心粒径は2200 mm、数色剤粒子の中心粒径は2200 mm、数色剤粒子の中心粒径は200 mm、数色剤粒子の中心粒径は2000 mm、数色剤粒皮

27 国であり、着色剤粒子分散液中の分散系がほぼ維持されていた。このトナーの数価を測定したところ9.8mgKMや

[0123] (比較例2)実施例1において、着色剤分散液 (顕製1)の形加量を80重量部から1.5重量部に、指照微粒子分散液の追加量を80重量部から1.5重量部に変更した以外は実施例1と同様にレトナーを得た。この時のトナーの体積平均粒径B₁₀をコールターカウンターで過定したところ8.1 μm、体質平均粒度分布指標SSDVと数は1.53であった。また、体質平均粒度分布指標SSDVを数平均粒度分布指標SSDVと数にあてあった。また、体質平均位度分布指標SSDVと数

[0124]また、上記のルーゼックス画像解析装置で形状観察を行ったところ、粒子の形状係数SF1は140で不定形状であることが観察された。随過型電子顕微鏡観察(SB)のトナーの新面像によると、トナー粒子中に縮型剤粒子が分散されていたが、極性細胞社子の凝集体が生成していた。また、龍型剤の算術平均中心粒径は270m、着色剤粒子の中心粒径は191mであり、着色剤粒子の粉液中の分散系がほぼ維持されていた。このトナーの数値を測定したところ61mg/OHであった。このトナーの数値を測定したところ61mg/OHであった。

[0125] さらに、動的粘弾性測定より求めた定着時間20mse、定着温度150℃における緩和弾性率G(t)が1.8×10⁴9aであり、緩和時間0.0秒における緩和弾性率G(t=0.01)と緩和時間0.1秒における緩和時間0.1秒における緩和弾性率G(t=0.01)と緩和時間0.1秒における緩和弾性率G(t=0.01)と緩和時間0.1秒における緩和弾性率G(t=0.01)と緩和時間0.1秒における緩和弾性率G(t=0.1)の比G(t)は25.5であった。このトナーの帯電性を測定したところ、23℃、60KM 環境で-41 μC/8、10℃、30KM 環境で-53 μC/8、さらに28℃、83KM 環境でも18 μC/8 を示した。

【0126】(比較例3) 実結例1の着色剤分散液の図製1において、樹脂微粒子分散液の追加融充60種無部から0.2 種量部に、酪集幹了時の山を3.6 に変更した以外は実施例1と同様にしてトナーを得た。この時のトナーの体徴平均性径55.0 をコールターカウンターで割定したところ9.2 μm、体徴平均粒度分布指標GSDvと数平均粒度分布指標GSDvと数平均粒度分布指標GSDvと数平均粒度分布指標GSDvと数平均粒度分布指標GSDvと数平均粒度分布指標GSDvとSDvにSDvにSDvであった。

[0127]また、上記ルーゼックス画像解析装置で形 50

条幹第3241003号

状観察を行ったところ、粒子の形状係数SF1 は108 で球形状であることが観察された。透過型電子顕微鏡観察(SB)のトナーの断面像によると、トナー粒子中に離型剤粒子が一部磁集しており、その算術平均中心粒径は2730回であった。なお、着色剤粒子の中心粒径は370 回であった。ため、な色質粒子の中心粒径は370 回であった。このトナーの酸価を測定したところ16mg/NHであった。このトナーの酸価を測定したところ16mg/NHであ

[0128]さらに、動め粘弾体型原より求めた定着時間40 mse、定着温度160 ℃における緩和導性學G(t)が3.4×10³ Paであり、緩和時間0.01秒における緩和導性學G(t)が3.4×10⁴ Paであり、緩和時間0.01秒における緩和導性等G(t=0.01)と緩和時間0.1 秒における緩和導性等G(t=0.01)と緩和時間0.1 秒における緩和導性等G(t=0.01)と緩和時間0.1 かにおける緩和導性等G(t=0.1)の比G(t)は0.9 であった。このトナーの帯電性を測定したところ23℃、60%RH環境で-30 μC/g、はらに、23℃、85%KH環境でも-26 μC/g、さらに、23℃、85%KH環境でも-26 μC/g を示した。

[0129] (比較例4) 実結例1において、離型剤分 酸液の核加量を50個量的から27個量部に、凝集終了時の 出を6.5 から7.2 に変更した以外は実結例1と同様にし 20 てトナーを得た。この時のトナーの体質平均粒径0.6 を コールターカウンターで阅定したところ7.3 μョ、体積 平均粒度分布指標650-は1.31であった。また、体積平均 粒度分布指標650-と数平均粒度分布指標650-との比(GSD v/GSD)は1.25であった。

【0130】また、上記のルーゼックス画像解析装置で形状観察を行ったところ、粒子の形状係数SFI は145 で不定形状であることが観察された。透過型電子顕微鏡観 数(SEO) のトナーの断面像によると、トナー粒子中に離型剤が一部緩集しており、その算術平均中心粒径は1640 国であった。また、着色剤粒子の中心粒径は1390 国であり、着色剤粒子が分析はほ様持されていて、コのトナーの製価を測定したところ19mgKGI であった。このトナーの製価を測定したところ19mgKGI であった。このトナーの製価を測定したところ19mgKGI であった。このトナーの製価を割定したところ19mgKGI であった。このトナーの製価を割定したところ19mgKGI であった。このトナーの製価を割定したところ19mgKGI であった。このトナーの製価を割定したところ19mgKGI であった。このトナーの製価を割定したところ19mgKGI であった。

[0131] さらた、動的格等性別定より求めた定着時間10msec、定着温度160 ℃における機和理性率G(t)が 3.1×10²a であり、被和時間0.01秒における機和理性率G(t-0.01)が 3.3×10⁴ Paであり、被和時間0.1秒における機和理性率G(t-0.01)と級和時間0.1 秒における級和理性率G(t-0.01)と級和時間0.1 秒における級和理性率G(t-0.1)との比G(t)で30.0であり、トナーが間において着色単粒子、確形剤粒子の構造形形成されていることが明らかになった。このトナーの構造形形成されていることが明らかになった。このトナーの構造形形でで、30KM 環境で-21 μC/g、さらに、28℃、85KM 環境で-14 μC/g とらい、28℃、85KM 環境で-14 μC/g と低い帯電性を示した。

[0132] (比数例5) 実施例1において、種型剤分数液の施加量を50届量部か53.5 組量部に、磁線条件を51℃、80分から41℃、30分に、融合・合一温度を97℃から83℃に変更した以外は実施例1と同様にしてトナーを得た。この時のトナーの体質平均粒径B₅₀をコールターカウンターで設定したところ2.1 μm、体質平均粒度分

(12)

布指標CSDvは1.34であった。また、体積平均粒度分布指 概GSDvと数平均粒度分布指域GSDbとの比(GSDv/GSDp)は

着色剤粒子の中心粒径は178 imであった。このトナーの 上記のルーゼックス画像解析装置で 形状観察を行ったところ、粒子の形状係数SF1 は144 で 不定形状であることが観察された。 透過型電子顕微鏡観 蔡(SEM) のトナーの断画像によると、トナー粒子中に艦 型剤が分散しており、その算術平均中心粒径は100 間、 [0133] また、

[0134] さらに、動的粘弾性測定より求めた定着時 秒における极和弹性率G(t=0.01)と級和時間0.1 秒にお らに、28℃、85%RH 環境で-11 μC/g と低い帯電性を示 が 5.1×10³pa であり、超和時間0.01秒における凝和導 性率G(t=0.01) が 7.2×104 Pa であり、极和時間0.01 環境で-17 μC/g、10℃、30%RH 環境で-20 μC/g、さ 関30 msec 、定着温度150 ℃における複和弾性率G(t) た。このトナーの帯電性を測定したところ23℃、60%RH ける数を導在母G(t=0.1) との比G(r) は19.2でわっ 数由を営成したといる15.5mgKOH ひむった。

分間攪枠混合して実施例1~14及び比較例1~5の現* クリワート (総研化学社製) を1 組由%コートした平均 位径50 μm のフェライトキャリアを用意し、上記の外添 トナー機度が5%になるように容量してボールミルで5 【0135】 (現像剤の調製) 実施例1~14及び比較 ブルミルで低合して外添トナーを得た。他方、ポリメタ (キャボット社製、TS 720) 0.5 重量%を添加し、サン 例1~5で得たトナーを50gに対して、疎水柱シリカ

F ≤20gf

発生する。

:刺離が不安定になり、一部定着ロールへの巻き付きが発生 35gf<F ≦50gf

被定着体は刺離不能となり、全て定着ロールに巻き付いて 50gf<F

【0138】 ❷オフセット温度の測定

発生した時の温度をオフセット温度とした。本武殿にお A-Color935(富士ゼロックス社製)改造定着装置を用い **に遡ぼした。加幣ロール温度を150 ℃から200℃まで** 5℃ かり昇温させ、オフセットの発生を目視で確認し、

A-Color935(富士ゼロックス社製)改造定着装置を用い て定着画像を作成し、その後、定着画像に折り曲げスト 【0139】 ②定着画像の折り曲げ耐性 が発生しなかったものである。

いて、未発生と安配したものは200℃までオフセット

定基準は以下のとおりである。

レスを加え、画像の欠損の度合いを目視で判定した。判

G2:折り目に極微量の欠損が認められたが、実用上間 G1:定着画像に欠損は発生しない。

[0136] (評価方法)

15 S紙上に定着を行った後、以下の手順で刺離対職 **置定着装置を用いて、オイルレス定着法で被定着体の J** 刺離力の測定は、A-Color935(富士ゼロシクス社製) を行った。

定着装置の準備

(I) A-Color935 (超士ゼロシクス社製) に用いているの と同型の金属製の製盤爪 (図1参照) を作製し、その製 艦爪の斜線部分を切り欠き、歪みゲージ((株) 共和電線 社製:KFG-1-120-C1-16)を接着した。

2

(2) '分鍼を用いて刺離爪にかかる荷重と爪の盃みの関係 を求め、数算曲線を作成した。

(3) 加熱ロールの中央部分に、図2のようにロールの周 いむらた 編4 昌 、 旅か1 昌 の様か改らた。

(4) 上記のように加工した加製ロールをA-Color935 (富 の構中に先端部分が入り、且つ加熱ロール本体には接触 士ゼロックス社製)改造定着装置にセットし、さらにそ しないように、定着装置本体に刺離爪を固定した。

[0137] 刺離力の測定

共和電機社製: DMD-1118) で記み取って、前項(2) で作 成した換算曲線より剣鶴力を求めた。剣龍力Fの判定基 前項(4) でセッティングしたA-Color935 (富士ゼロック ス社製)改造定着装置に未定着画像を通し、その駅の剝 艦爪の蚤みを蚤みゲージに接続した動盈み測定器((株)

単は以下のとおりである。

:對臨は可能であるが、對艦のストレスで画像むら等欠損が :被定着体は定着ロールから何等問題無く剣艦する。 20gf<F ≦35gf

しまう。

題の無こフィグかもか。

G3:目視ではっきりと確認できる程度の画像欠損が発

G4:折り目を中心に著しい画像欠落が発生する。 生する。

ツートに代えて定着画像を作成し、OHPの透明性を評 用上質紙及びAcolor用OHP シートをA-Color935 (富士ゼ ロックス社製)改造定着装置に適用して定着画像を作成 J、及び数面光沢性を評価した。また、定着体をOHP 来施例1~14及び比較例1~5の現像剤並びにAcolor して、目視により画像の鮮明性、トナーの紙散、カブ 価した。評価の結果は扱1~4に示した。 [0140] @画知歌

[0141] [麥1]

[泰2]

[0142]

3

(16)

33

英施例 2 灾施例1

実施例3

240 160 2. 8×10*

定者時間 (msec) 定者過度 (C) 极力弹性塔 (Pa)

16 160 2. 4×10°

100 . 160 2.9×101

5.8×103

5.1×103

便和弹性率G(1=0.01)

G (t=0. 01) /G (t=0. 1)

7. 3×10³

13.0 49.9

17.8

<u>~</u> トナーの製価 (mg-KOH)

2 8 2 176

82

240 160

離型剤の中心粒径 (pm) 含有量 (塩量%)

176

着色剤の中心粒径 (pm) 含有量 (重量%)

トナーのりょい

છું

トナーのSFI

6. 2 1. 20 1. 10

GSD₁/GSD_p

1. 19

13

5.7 1.19 0.99

130

웃

-24 -24 ナーの特配量 (μC/g

4 2 2

2 2 3

23°C68%RH 10°C30%RH 28°C86%RH

ຊ

200 趣 19 છ オフセット温度

到離力下

200 強

G

0 O O 0 O

200 超 G1 9

0

折り曲げ耐性

画像の鮮明性

トナー飛散

カブリ

0 0 0

0 0

0

OHP透明性

0 0 0

0 0

O

着色紅分散性 雕型剤分散性

数 四 光 和 在

0 O

0

実施例12

夹施例11

灾施例10

実施例 9

6.8×10°

9.6×10°

2.4×10° 1.1

5.1×10³

級和彈性率5 (t=0 01) G(t=0, 01) /G (t=0. 1) トナーの製価 fag-KOH

45 150 1,7×10°

26 160 2.0×10²

35 150 7. 2×10²

定者時間 pasec) 定者過度(CC) 緩和弹性率 (Pa)

75

77

91

360 197

730 50 188 6.5

藤型剤の中心粒径 hm 合有量 (重量%) 着色剤の中心粒径 hm 合有量 (重量%)

240 10 173 6,5 1,21 1,21 1,21 1,21 1,21 1,21

88 9 85 5

9.0 0.24 0.86

6.2 1.21 0.98

7.4 1.22 1.14

F.F—ODsor CSDr CSDr/GSDp

134

134

118

\$

33

定者時間 (1990)	2000014	实施例5	実施例6	天成977	実施例8	
	26 150 4.3 ×10°	150 6.1 ×10*	160 8. 0×10*	160 9. 2×10*	160 7. 8×10*	
C (t=0.01) /C (t=0.1)	2 2×10* 6 0	9.8 X10* 6.0	8 7 3 6×10°	2 1×10*	6.3×10* 3.2	
トナーの配価 fug-EGH3	61	61	77	. 41	71	
能型剤の中心粒径(m) 含有量 (重量%)	0£	255 10	260 . 10	0t .	0t 0 <i>t</i> 2	
着色剤の中心粒径 [m] 含有量 (塩量%)	172 4.5	196	121	115 6	9 9	
O CODy CODy/COD	5.9 1.18 1.00	. 6.1 1.22 0.94	6.5 1.22 1.33	41 1.23 1.29	5.8 1.23 0.96	
	134	130	131	0 27	130	
1た の特理量(μ C/g 23で68X組 10で308組 28で285X組	-28 -26 -25	62- 53- 72-	ង់ង់	ង់សំង	***	• • •
	16	82	51	81	Of	
3	图 002	200 紹	2002	E\$100Z	2005	
	G1	G1	0،1	G1	61	
	0	٥	0	0	0	
	0	0	0	0	0	
	0	0	0	0	0	
	0	0	, O,	0	0	
	٥	0	o	0	0	
	. 0	0	0	0	0	
	0	0	0	0	0	

[0144]

[퓾4]

200超

200超

200個

200租

オフセット福度 (°C)

œ

到難力下

·83

12

5

G 2

22

G 2

折り曲げ耐性

国像の鮮明性 ナナー主義

0 0 0 0

0 0 0 0 0 Ó 0

0 0

0 0 0 0 0 0 О

0

0 0 0

摩型剂分散性

着色和分散性

教面光祝性

OHP透雕

カプリ

0

8 8 8

នុនុនុ

ដ្ឋន

トナーのST1 ト・の告覧会(μC/g) 23て68XB1 10で3のXB1 28で86XB1

[0143]

ことができた。そして、定着シートの表面光沢性も良好 [0145] (結果) 投1~4より明らかなように、実 から定着用シートを何ら抵抗を受けることなく刺離する リ毎の欠陥を全く認めることができなかった。また、上 **製)改造定着装置を用いて調べたところ、パーフルオロ** アルコキシエーテル(PFA) チューブローラーによる剣艦 たもった。さなに、米栢例1~8のトナーをOHPシー OHPシートの透明性も良好であり、濁りのない短過像 **衒例1~14のトナーを用いて定着画像を作成したとき** には、いずれも画像は鮮明であり、トナーの飛散、カブ 性、光沢性(グロス)は全て良好であり、定着ローラー トに適用して上記と同様に定着画像を作成したところ、 記のトナーの定着性をA-Color935(富士ゼロックス社 を得ることができた。

光曲が内部の光散乱で減少し、投影像の補価性がやや低 トナーをOHPシートに適用すると、OHP画像は透過 [0146] 比較例1のトナーを上記と同様に適用する おいては帯電に悪影響を及ぼした。また、オフセット現 象と低温側の刺離不良が発生した。さらに、比較例1の 2、着色剤の内包性が不十分であり、高温高湿の環境に

下していることが観察された。

が観察された。比較例2のトナーをOHPシートに適用 すると、OHP画像はやや黒みを帯びていることが観察 【0147】比較例2のトナーを上記と同様に適用する 象濃度が低いものであった。また、高温高温環境下では 盤性については、オフセット現象や、低温側の剣籠不良 と、通常の環境及び低温低湿の環境で帯電量が高く、画 帯電量の低下がみられ、カプリが発生した。 さらに、劇 された。

剥離不良が観察された。さらに、比較例3のトナーをO [0148] 比較例3のトナーを上記と同様に適用する **もった。 赵ि**群打については、メンセット現象や低温回の HPシートに適用すると、OHP画像は黒みを帯びてい と、通知の聲鬼、低温低禮の毀壞や帯電量が高く、画像 豫度が低いものであった。また、表面光沢度は不均一で ることが観察された。

50 剥離性は良好であったが、定着画像の折り曲げ耐性が著 と、すべての瑕瑣において、帯電が低く、かぶり、トナ 【0149】比較例4のトナーを上記と同様に適用する 一飛散が発生し、鮮明な画像は得られなかった。また、

より、定着シートの刺離性、定着像の付着性、定着像の 折り曲げ耐性、トナー内の構型剤分散性、トナー内の着 色剤分散性、OHP透明性等の定着特性に優れ、かつ、

特許第3241003号

(S

と、OHP画像はやや黒みを帯びていることが観察され セット現象や、低温側の 剥離不良が観察された。さら しく低下した。さらに表面光沢は均一であったが、オフ にまた、比較例4のトナーをOHPシートに適用する

面光沢性も不均一であった。さらに、比較例5のトナー 【0150】比較例5のトナーを上記と同様に適用する ローラーへの巻き付けが発生した。また、定着画像の教 をOHPシートに適用すると、OHP画像は黒みを帯び し、鮮明な画像が得られなかった。剣楠性試験において と、通常の環境において、かぶり、トナー飛散が発生 ていることが観察された。

視図である。

2

【図1】本発明の勉強力の測定に用いる剣艦爪の断面図 [図2] 本発明の刺離力の測定に用いる加熱ロールの斜 [図3] 本発明の剥離力の測定において加熱ロールと剝

禹画質な定着画像の提供が可能になった。

[図面の簡単な説明]

[発明の効果] 本発明は、上記の構成を採用することに [0151]

[⊠ 3]

[图2]

<u>図</u>

3 切り欠き部、

「紅蛇ローケ、

4 強みゲージ [年号の説明] を降所、

離爪との関係を示した断面図である。

フロントページの統件

神谷川県南足柄市竹松1600番地 富士ゼ

松村 保備 (72) 発明者

神奈川県南足柄市竹松1600番地 富士ゼ

(56) 参考文献 特開 平9-6042 (JP, A)

(58) 調査した分野(Int. Cl. ⁷, DB名)

庄子 穀 (12) 発明者 ロックス株式会社内

ロックス株式会社内

80/6 503